
UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Semester Pertama
Sidang Akademik 2004/2005

Oktober 2004

KAA 501 – Kawalan Mutu Dalam Kimia

Masa : 3 jam

Sila pastikan bahawa kertas peperiksaan ini mengandungi **SEPULUH** muka surat yang bercetak sebelum anda memulakan peperiksaan ini.

BAHAGIAN A

Soalan-soalan 1, 2 dan 3 **PERLU** dijawab.

BAHAGIAN B

Jawab **DUA** soalan dengan memilih antara soalan-soalan 4 - 7.

Jika calon jawab lebih daripada lima soalan, hanya lima soalan pertama mengikut susunan dalam skrip jawapan akan diberi markah.

BAHAGIAN A

1. (a) Lima orang penganalisa masing-masing telah menjalankan penentuan atas kandungan galian dalam kumpulan pil yang sama. Keputusan awal ditunjukkan dalam jadual berikut:

Penganalisa	Kandungan Galian (%)					
Ahmad	84.50	83.88	84.49	83.91	84.11	84.06
Tan	84.70	84.17	84.11	84.36	84.61	83.81
Suresh	84.31	84.52	84.52	84.63	84.61	84.63
John	84.28	84.38	84.38	84.29	84.39	84.69
Hayati	84.48	84.27	84.33	84.02	84.22	84.50

Dengan berdasarkan jadual di atas, hitungkan,

- (i) penghampiran dalam-sampel σ_o^2 ,
- (ii) jumlah sebutan kuasadua dalam-sampel,
- (iii) sisihan purata antara-sampel, dan
- (iv) kuasadua purata antara-sampel.

(16 markah)

- (b) Golongkan jenis sampel berikut dengan alasan yang menasabah.

- (i) Batang coklat yang tersimpan dalam pasaraya mini 24 Jam di Jalan Sungai Dua.
- (ii) Air laut dekat dengan terminal feri Pulau Pinang.

(4 markah)

2. (a) Bezakan secara ringkas sebutan-sebutan berikut yang biasa diguna pakai di dalam proses pengesanan sesuatu kaedah analisis

- (i) Ketentuan dan kepilihan
- (ii) Had pengesanan kaedah (MDL) dan had pengesanan (LOD)

(6 markah)

- (b) Kira pekali variasi yang dijangkakan sekiranya kepekatan suatu analit yang ingin anda tentukan ialah pada paras 1 bahagian per billion (1ppb).

(4 markah)

...3/-

- (c) Satu kajian ketegapan atau kekasapan telah dilakukan ke atas sebuah kaedah HPLC bagi penentuan dan cerakin satu sebatian aktif utama (MC) dan untuk pengesanan dua sebatian berkaitan (RC1 dan RC2) dalam tablet ubat. Kajian ini dilakukan dengan mengguna rekabentuk eksperimen Plackett -Burmann untuk 11 faktor (N=12) yang mengambil kira 8 faktor and 3 faktor dummy.

Faktor	Kesan ke atas						
	%MC	%RC1	%RC2	Rs(MC-RC1)	k'(MC)	Asf(MC)	tR(RC2)
pH	0.683	0.850	0.000	0.427	-0.547	0.204	0.039
Turus	-0.450	-0.083	-0.300	1.011	1.269	-0.432	2.978
Dum1	-0.683	-0.917	-0.500	-0.154	-0.047	-0.065	-0.039
Suhu	-0.717	-1.150	-0.367	0.408	-0.008	-0.103	-0.333
%B mula	-1.117	-0.617	-1.067	-0.226	-0.869	-0.147	-0.539
%B akhir	0.883	1.450	0.467	-0.584	-0.347	-0.013	-1.150
Dum2	-0.750	-1.150	-0.167	-0.198	-0.030	-0.003	-0.122
Alir	-0.017	-0.883	-0.300	0.031	-0.592	-0.146	-0.939
Jarakgelombang	0.517	0.650	-0.533	0.041	0.047	0.067	0.084
Kepekatan penimbal.	-0.617	0.717	1.100	0.380	-0.019	0.029	0.022
Dum3	-0.250	-0.350	-2.500	0.106	0.036	-0.011	0.144

- (i) Tentukan faktor-faktor yang memberikan kesan ketara ketas penentuan sebatian berkaitan RC2 (%RC2) dengan menggunakan algorithma Dong pada $\alpha = 0.05$ dan $\alpha = 0.10$.
- (ii) Sediakan satu plot separuh normal untuk kes %RC1 bersama ralat sisi (ME) dan ralat sisi serentak (SME). Tentukan kewujudan sebarang kesan ketara sekiranya ada.

(10 markah)

3. Tuliskan penjelasan ringkas bagi perkara-perkara berikut :

- (a) Kepentingan penjagaan dan penyimpanan rekod di makmal dalam konteks perlindungan harta intelek sesebuah organisasi penyelidikan.

(5 markah)

- (b) Penggunaan carta kawalan mutu adalah suatu kaedah awal untuk pemantauan sistem kualiti sesuatu proses.

(5 markah)

...4/-

- (c) Sebuah makmal yang mempunyai Sistem Akreditasi Makmal merupakan satu-satu aspek utama dalam menjayakan sistem kualiti Hazard Analysis Critical Control Point (HACCP) sesebuah organisasi.

(5 markah)

- (d) Selain daripada pendaftaran paten, perlindungan Harta Intelek dapat dilakukan melalui pelbagai kaedah lain.

(5 markah)

BAHAGIAN B

4. (a) Bagaimanakah anda boleh takrifkan paras kualiti penerimaan (AQL) dalam konteks pensampelan?

(4 markah)

- (b) Berikut ialah keputusan yang diperolehi melalui validasi bahan berkhasiat yang dijalankan pada produk gandum. Siasatan atas bilangan unit yang kekurangan vitamin B₁₂, vitamin C dan protein telah dilakukan atas empat jenis jenama A, B, C and D.

Jenama	Jumlah Unit	Kekurangan Vitamin B ₁₂	Kekurangan Vitamin B ₁₂ dan C	Kekurangan Vitamin B ₁₂ , C dan Protein
A	25000	6	1	2
B	10100	2	12	3
C	5005	10	1	3
D	3800	4	2	2

- (i) Apakah bilangan minimum dan maksimum yang diperlukan untuk validasi setiap jenama (A, B, C and D)?

(4 markah)

- (ii) Apakah bukan-konformiti per 100 unit bagi setiap jenama?

(4 markah)

- (iii) Apakah AQL per 10000 unit bagi setiap jenama B and D?

(4 markah)

- (c) Terangkan secara ringkas kaedah pempiawaian bagi setiap peralatan berikut:

- (i) Meter pH.
(ii) Relau.

(4 markah)

...5/-

5. Sebuah makmal mengukur kandungan ion Cu^{2+} di dalam sampel minyak kelapa sawit untuk setiap minggu dan jadual berikut memberikan nilai purata satu data penentuan spektrofotometer penyerapan atom menggunakan satu piawai berkepekatan 10.00 ppm Cu^{2+} . Dua sampel piawai digunakan bagi setiap kali ujian dilakukan.

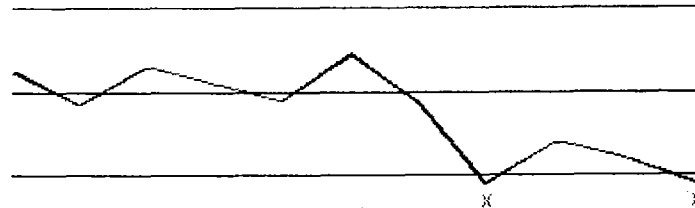
Minggu	Kepekatan, mg/L
1	10.09
2	9.97
3	9.99
4	10.08
5	9.08
6	10.08
7	9.99
8	9.98
9	9.98
10	9.99
11	10.08
12	9.99
13	9.98
14	10.07
15	9.98
16	9.98
17	10.09

- (i) Plotkan satu histogram menggunakan kaedah data berkumpulan. Komen tentang kenormalan data ini.
- (ii) Plotkan carta kawalan \bar{x} -bar dan komen sama ada proses penentuan ion Cu^{2+} berada dibawah kawalan atau pun tidak.

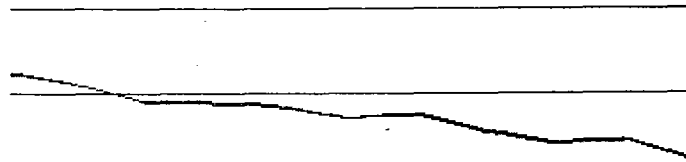
(20 markah)

6. (a) Anda bertugas sebagai pengurus kualiti bagi sebuah makmal analisis yang sering melakukan analisis kandungan ion logam dalam sampel biologi. Sebagai satu cara mengimplementasikan kawalan kualiti, makmal anda telah membentuk carta-carta kawalan untuk setiap proses analisis bagi setiap bulan. Analisis pola-pola carta-carta kawalan yang diberikan dalam (i) dan (ii) dibawah dan perikan jenis serta punca-punca yang mungkin menjadi sebab kepada pola yang terhasil. Cadangkan sebarang tindakan pembetulan yang anda patut lakukan untuk menstabilkan proses tersebut.

(i)



(ii)



(10 markah)

- (b) Sebuah makmal analisis sering mengalami kerosakan alat spektrofotometer penyerapan atom (AA). Perikan penggunaan kaedah gambarajah Ishikawa atau tulang ikan yang biasa digunakan dalam proses kawalan statistik untuk anda mencari penyebab kepada masalah ini dan berikan juga contoh analisis gambarajah tulang ikan anda terhadap masalah AA ini.

(10 markah)

7. Tuliskan satu esei bagi menjelaskan dengan terperinci kaedah serta prosedur dalaman yang diperlu diuruskan oleh seorang pengurus kualiti yang bertanggungjawab bagi memastikan kilang pembungkusan udang mendapat pengiktirafan HACCP (Hazard Analysis Critical Control Point). Perbincangan anda mestilah bermula dengan sebab-sebab utama dan seterusnya penyediaan skop bagi pengiktirafan yang dipohon dan langkah-langkah kritikal bagi menjayakan permohonan tersebut. Sila sertakan carta Gantt bagi pengurusan projek untuk mendapatkan HACCP.

(20 markah)

LAMPIRAN

$$M_j = \frac{0.6745(X_i - \bar{X})}{MAD}$$

$$z_i = \frac{(x_i - \bar{x})}{s}$$

Where

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

$$s_{ai} = \sqrt{\frac{n \sum (x_i - \bar{x})^2 (1 - u_i^2)^4}{|(1 - u_i^2)(1 - 5u_i^2)|}}$$

Where

$$u = \frac{x_i - \bar{x}}{9 MAD}$$

$$R_{i+1} = \frac{|x^{(i)} - \bar{x}^{(i)}|}{s(i)}$$

$$Q_{exp} = X_q - X_n / w$$

$$t = \frac{|E_X|}{(SE)_e}$$

$$E_X = t_{critical} \text{ multiply } (SE)_e$$

$$(SE)_e = \sqrt{\frac{s^2}{N/2} + \frac{s^2}{N/2}} = \sqrt{\frac{4s^2}{N}}$$

$$\sqrt{(\sum E_{error}^2 / n_{error})}$$

$$s_o = 1.5 \text{ median } |E_i|$$

$$S_1 = \sqrt{m^{-1} \sum E_i^2}$$

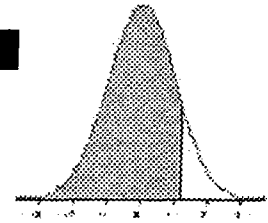
$$ME = t_{(1-\alpha/2, df)} S_1$$

...8/-

FACTORS FOR COMPUTING LIMITS FOR X BAR AND R CHARTS

Sample Size	For Averages	For Ranges		Standard Deviation
n	A ₂	D ₃	D ₄	d ₂
2	1.88	0	3.29	1.13
3	1.02	0	2.58	1.69
4	.73	0	2.28	2.06
5	.58	0	2.11	2.33
6	.48	0	2.00	2.53
7	.42	0	1.92	2.70
8	.37	.14	1.87	2.85
9	.34	.18	1.82	2.97
10	.31	.31	1.78	3.08

Student's t-distribution table



df	p										
	0.75	0.80	0.85	0.90	0.95	0.975	0.980	0.990	0.995	0.9975	0.9990
1	1.0000	1.3764	1.9626	3.0777	6.3137	12.706	15.895	31.821	63.656	127.32	318.29
2	0.8165	1.0607	1.3862	1.8856	2.9200	4.3027	4.8487	6.9645	9.9250	14.089	22.329
3	0.7649	0.9785	1.2498	1.6377	2.3534	3.1824	3.4819	4.5407	5.8408	7.4532	10.214
4	0.7407	0.9410	1.1896	1.5332	2.1318	2.7765	2.9985	3.7469	4.6041	5.5975	7.1729
5	0.7267	0.9195	1.1558	1.4759	2.0150	2.5706	2.7565	3.3649	4.0321	4.7733	5.8935
6	0.7176	0.9057	1.1342	1.4398	1.9432	2.4469	2.6122	3.1427	3.7074	4.3168	5.2075
7	0.7111	0.8960	1.1192	1.4149	1.8946	2.3646	2.5168	2.9979	3.4995	4.0294	4.7853
8	0.7064	0.8889	1.1081	1.3968	1.8595	2.3060	2.4490	2.8965	3.3554	3.8325	4.5008
9	0.7027	0.8834	1.0997	1.3830	1.8331	2.2622	2.3984	2.8214	3.2498	3.6896	4.2969
10	0.6998	0.8791	1.0931	1.3722	1.8125	2.2281	2.3593	2.7638	3.1693	3.5814	4.1437
11	0.6974	0.8755	1.0877	1.3634	1.7959	2.2010	2.3281	2.7181	3.1058	3.4966	4.0248
12	0.6955	0.8726	1.0832	1.3562	1.7823	2.1788	2.3027	2.6810	3.0545	3.4284	3.9296
13	0.6938	0.8702	1.0795	1.3502	1.7709	2.1604	2.2816	2.6503	3.0123	3.3725	3.8520
14	0.6924	0.8681	1.0763	1.3450	1.7613	2.1448	2.2638	2.6245	2.9768	3.3257	3.7874
15	0.6912	0.8662	1.0735	1.3406	1.7531	2.1315	2.2485	2.6025	2.9467	3.2860	3.7329
16	0.6901	0.8647	1.0711	1.3368	1.7459	2.1199	2.2354	2.5835	2.9208	3.2520	3.6861
17	0.6892	0.8633	1.0690	1.3334	1.7396	2.1098	2.2238	2.5669	2.8982	3.2224	3.6458
18	0.6884	0.8620	1.0672	1.3304	1.7341	2.1009	2.2137	2.5524	2.8784	3.1966	3.6105
19	0.6876	0.8610	1.0655	1.3277	1.7291	2.0930	2.2047	2.5395	2.8609	3.1737	3.5793
20	0.6870	0.8600	1.0640	1.3253	1.7247	2.0860	2.1967	2.5280	2.8453	3.1534	3.5518
21	0.6864	0.8591	1.0627	1.3232	1.7207	2.0796	2.1894	2.5176	2.8314	3.1352	3.5271
22	0.6858	0.8583	1.0614	1.3212	1.7171	2.0739	2.1829	2.5083	2.8188	3.1188	3.5050
23	0.6853	0.8575	1.0603	1.3195	1.7139	2.0687	2.1770	2.4999	2.8073	3.1040	3.4850
24	0.6848	0.8569	1.0593	1.3178	1.7109	2.0639	2.1715	2.4922	2.7970	3.0905	3.4668
25	0.6844	0.8562	1.0584	1.3163	1.7081	2.0595	2.1666	2.4851	2.7874	3.0782	3.4502
26	0.6840	0.8557	1.0575	1.3150	1.7056	2.0555	2.1620	2.4786	2.7787	3.0669	3.4350
27	0.6837	0.8551	1.0567	1.3137	1.7033	2.0518	2.1578	2.4727	2.7707	3.0565	3.4210
28	0.6834	0.8546	1.0560	1.3125	1.7011	2.0484	2.1539	2.4671	2.7633	3.0470	3.4082
29	0.6830	0.8542	1.0553	1.3114	1.6991	2.0452	2.1503	2.4620	2.7564	3.0380	3.3963
30	0.6828	0.8538	1.0547	1.3104	1.6973	2.0423	2.1470	2.4573	2.7500	3.0298	3.3852
31	0.6825	0.8534	1.0541	1.3095	1.6955	2.0395	2.1438	2.4528	2.7440	3.0221	3.3749
32	0.6822	0.8530	1.0535	1.3086	1.6939	2.0369	2.1409	2.4487	2.7385	3.0149	3.3653
33	0.6820	0.8526	1.0530	1.3077	1.6924	2.0345	2.1382	2.4448	2.7333	3.0082	3.3563
34	0.6818	0.8523	1.0525	1.3070	1.6909	2.0322	2.1356	2.4411	2.7284	3.0020	3.3480
35	0.6816	0.8520	1.0520	1.3062	1.6896	2.0301	2.1332	2.4377	2.7238	2.9961	3.3400
36	0.6814	0.8517	1.0516	1.3055	1.6883	2.0281	2.1309	2.4345	2.7195	2.9905	3.3326
37	0.6812	0.8514	1.0512	1.3049	1.6871	2.0262	2.1287	2.4314	2.7154	2.9853	3.3256
38	0.6810	0.8512	1.0508	1.3042	1.6860	2.0244	2.1267	2.4286	2.7116	2.9803	3.3190
39	0.6808	0.8509	1.0504	1.3036	1.6849	2.0227	2.1247	2.4258	2.7079	2.9756	3.3127
40	0.6807	0.8507	1.0500	1.3031	1.6839	2.0211	2.1229	2.4233	2.7045	2.9712	3.3069
50	0.6794	0.8489	1.0473	1.2987	1.6759	2.0086	2.1087	2.4033	2.6778	2.9370	3.2614
60	0.6786	0.8477	1.0455	1.2958	1.6706	2.0003	2.0994	2.3901	2.6603	2.9146	3.2317
75	0.6778	0.8464	1.0436	1.2929	1.6654	1.9921	2.0901	2.3771	2.6430	2.8924	3.2024
100	0.6770	0.8452	1.0418	1.2901	1.6602	1.9840	2.0809	2.3642	2.6259	2.8707	3.1738
∞	0.6745	0.8416	1.0364	1.2816	1.6449	1.9600	2.0537	2.3263	2.5758	2.8070	3.0902

The Rankit Table

Effect	Design size		
	N=8	N=12	N=16
1	0.09	0.06	0.04
2	0.27	0.17	0.12
3	0.46	0.29	0.21
4	0.66	0.41	0.29
5	0.90	0.53	0.38
6	1.21	0.67	0.47
7	1.71	0.81	0.57
8		0.98	0.67
9		1.19	0.78
10		1.45	0.89
11		1.91	1.02
12			1.18
13			1.36
14			1.61
15			2.04